



(51) МПК  
**B22F9/00** (2006.01)  
**B82B3/00** (2006.01)  
**C01B31/34** (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ  
 СОБСТВЕННОСТИ,

ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

Статус: по данным на 09.03.2016 - действует  
 Пошлина: учтена за 8 год с 20.01.2016 по 19.01.2017

(21), (22) Заявка: **2009101478/02**, **19.01.2009**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
**19.01.2009**

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: **19.01.2009**

(43) Дата публикации заявки: **27.07.2010**

(45) Опубликовано: [27.03.2011](#)

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
 поиске: **CN 1608983 A**, **27.04.2005**. **RU 2207320 C1**,  
**27.06.2003**. **CN 1834010 A**, **20.09.2006**. **US 7118724 B2**,  
**10.10.2006**. **RU 2372424 C1**, **09.02.1995**.

Адрес для переписки:

**634050, г.Томск, пр. Ленина, 36, НИИ ПММ ТГУ**

(72) Автор(ы):

**Архипов Владимир Афанасьевич (RU)**,  
**Ворожцов Александр Борисович (RU)**,  
**Ворожцов Сергей Александрович (RU)**,  
**Давыдович Валерий Иванович (RU)**,  
**Даммер Владислав Христианович (RU)**,  
**Кириллов Владимир Анатольевич (RU)**,  
**Лернер Марат Израильевич (RU)**

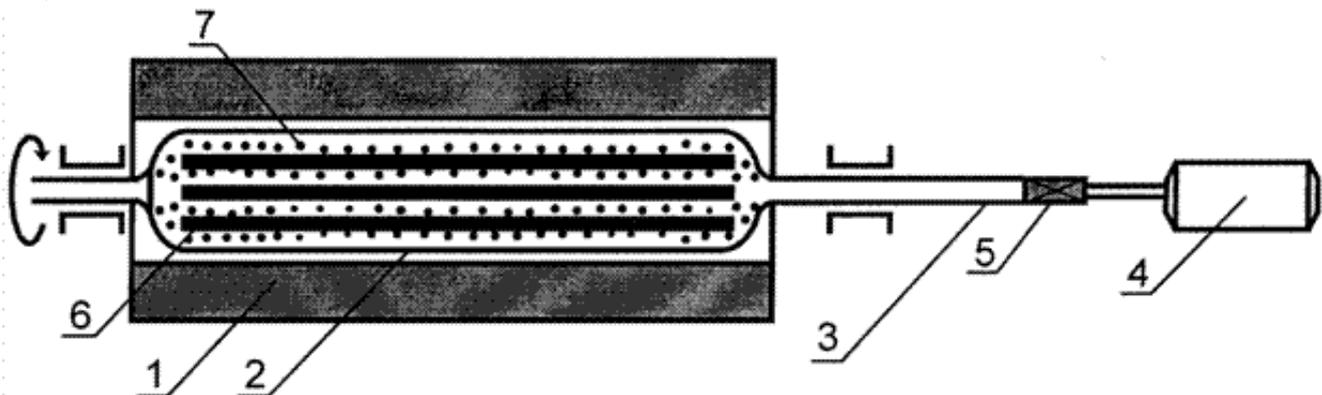
(73) Патентообладатель(и):

**Государственное образовательное  
 учреждение высшего профессионального  
 образования Томский государственный  
 университет (ТГУ) (RU)**

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОПОРОШКА КАРБИДА ВОЛЬФРАМА

(57) Реферат:

Изобретение относится к области разработки технологии получения нанопорошков металлов и твердых сплавов. Способ получения нанопорошка карбида вольфрама включает нагрев в герметичном реакторе смеси нанопорошка вольфрама и графита до температуры не выше 1000°C. Нагрев осуществляют в течение не более 70 часов при вращении герметичного реактора с угловой скоростью не более (50÷60) оборотов в минуту. При этом используют графит в виде графитовых стержней и наночастицы вольфрама с размером частиц (10÷200) нм при следующем соотношении компонентов в смеси, мас. %: графитовые стержни - 6, нанопорошок вольфрама - 94. Обеспечивается получение нанопорошков карбида вольфрама высокой чистоты. 1 ил.



Изобретение относится к области разработки технологии получения наноразмерных частиц тугоплавких металлов и сплавов с заданными свойствами для последующего компактирования из них наноструктурных твердых сплавов.

Твердые сплавы применяются при изготовлении высокопрочных инструментов (ножей, фильер, резцов, фрез и т.д.) в машиностроении, производстве полимеров, нефтегазодобывающей, деревообрабатывающей и ряде других отраслей промышленности. Наиболее высокими эксплуатационными свойствами обладают твердые сплавы на основе высокотвердых частиц тугоплавких химических соединений, в частности карбида вольфрама.

Все известные твердые сплавы получают технологией порошковой металлургии, включающей стадии подготовки порошковых смесей и их спекания в композиционный материал дисперсного строения. Основными характеристиками спеченных твердых сплавов, определяющими их эксплуатационные свойства, являются дисперсность высокотвердого компонента и его остаточная пористость. С увеличением дисперсности высокотвердого компонента и с уменьшением остаточной пористости прочность, ударная вязкость, стойкость в режиме резания, износостойкость твердых сплавов увеличиваются [1]. Наиболее прочные и стойкие в эксплуатации твердые сплавы на основе карбида вольфрама с кобальтовой связкой характеризуются дисперсностью карбидной фазы (1-3) мкм и остаточной пористостью 0.1%. В рамках возможностей традиционной порошковой металлургии твердых сплавов указанные характеристики являются предельными.

Переход к наноразмерным порошковым компонентам, в частности, к нанопорошку карбида вольфрама позволяет сформировать нанодисперсную структуру в твердых сплавах и значительно повысить их физико-механические свойства [2].

Известны способы получения карбида вольфрама, основанные на плавлении вольфрама в дуговой или трубчатой графитовой печи [3]. Данные способы позволяют получить карбид вольфрама  $W_2C$  или близкую по составу к эвтектике смесь  $W_2C+WC$ . Для получения наиболее оптимальной модификации карбида вольфрама  $WC$  известен способ, основанный на плавлении ангидрида вольфрама, железа и углерода с последующим растворением и выделением карбида вольфрама данной модификации [3].

Одним из известных способов получения нанопорошков карбида вольфрама является двухстадийный процесс, включающий плазмохимический восстановительный синтез ультрадисперсной многофазной системы вольфрам-углерод и низкотемпературный синтез из этой системы монокарбида вольфрама модификации  $WC$  [4].

Для осуществления плазмохимического восстановительного синтеза использовалась дуговая плазменная установка. В азотоводородную плазменную струю температурой (3500±5000) К вводилось сырье - трехокись вольфрама и газообразный углеводород. В результате комплекса физико-химических превращений образуются наночастицы, представляющие смесь фаз системы вольфрам-углерод ( $W$ ,  $W_2C$ ,  $\alpha$ - $WC$ ,  $\beta$ - $WC$ ,  $C$ ).

Ближайшим аналогом по технической сущности заявленного изобретения является способ, раскрытый в патенте CN 1608983 A, B22F 9/00, 27.04.2005 г. [5]. В известном способе при получении нанопорошка карбида вольфрама осуществляют нагрев в герметичном реакторе смеси нанопорошка вольфрама с размером частиц не менее 90 нм и графита до температуры не выше 1000°C в течение не более 60-80 мин.

Техническим результатом изобретения является разработка способа получения нанопорошка вольфрама модификации  $WC$  высокой степени чистоты без углеродных добавок.

Технический результат изобретения достигается тем, что разработан способ получения нанопорошка карбида вольфрама, включающий нагрев в герметичном реакторе смеси нанопорошка вольфрама и графита до температуры не выше 1000°C, отличающийся тем, что нагрев осуществляют в течение не более 70 часов при вращении герметичного реактора с угловой скоростью не более (50±60) оборотов в минуту, при этом используют графит в виде графитовых стержней и наночастицы вольфрама с размером частиц (10±200) нм, при следующем соотношении компонентов в смеси, мас. %:

графитовые стержни            6  
нанопорошок вольфрама 94

Пример реализации заявляемого способа приведен на чертеже. Устройство состоит из нагревательной печи 1 с электрической спиралью накаливания, внутри которой расположен герметичный реактор 2 цилиндрической формы, изготовленный из кварца. Реактор 2 соединен полой осью 3 с электродвигателем 4, обеспечивающим вращение реактора. В полой оси 4 установлен клапан 5 для сброса избыточного давления в реакторе в ходе процесса карбидизации вольфрама. Реактор снабжен устройством для загрузки графитовых стержней 6 и нанопорошка вольфрама 7.

С целью получения карбида вольфрама без углеродных добавок в реактор вводилось 6±10 стержней диаметром 0.5 см и длиной 10 см, изготовленных из графита, применяемого в практике спектрального анализа. Вольфрам вводился в реактор в виде нанопорошка с размером частиц (10±200) нм, полученного методом электрического взрыва проволоки [6, 7]. Соотношение компонентов вольфрам-графит составляло 94/6 мас. %.

В процессе получения карбида вольфрама осуществляется вращение реактора с угловой скоростью (50÷60) оборотов в минуту в течение (10÷70) часов. Выбранный уровень температуры процесса (порядка 1000°С) и непрерывное вращение рабочей зоны предотвращало возможный коагуляционный рост нанопорошка WC.

Полученный положительный эффект заявляемого способа подтвержден проведением дисперсного и рентгеноструктурного анализа полученных нанопорошков карбида вольфрама. Дисперсный анализ, проведенный с использованием электронного микроскопа CM-30 Philips, показал, что дисперсность полученного нанопорошка карбида вольфрама соответствует дисперсности исходного порошка вольфрама и составляет (10-200) нм. Результаты рентгеноструктурного анализа, проведенные с использованием дифрактометра XRD-6000, показали высокую степень чистоты нанопорошка карбида вольфрама (99.9% содержания модификации WC).

#### ЛИТЕРАТУРА

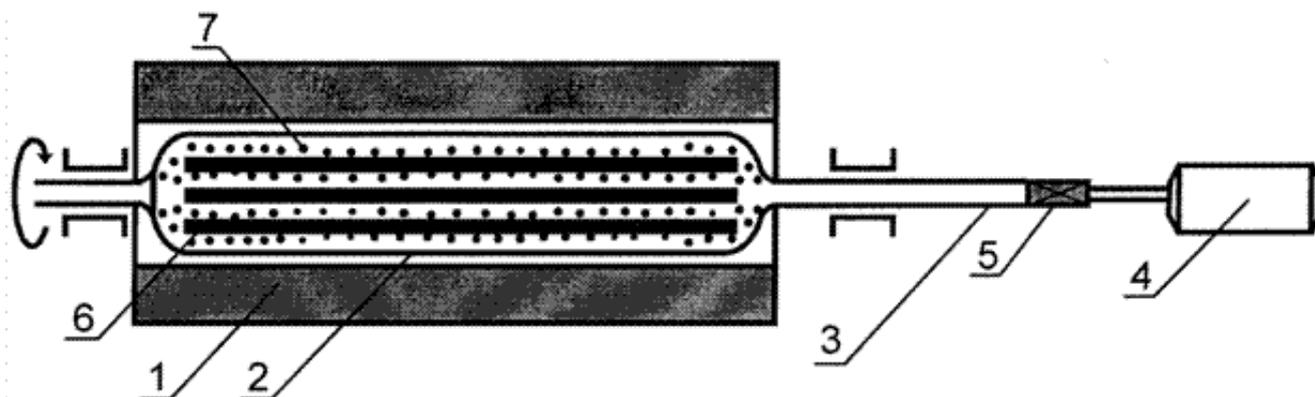
1. Либенсон Г.А., Лопатин В.Ю., Комарницкий Г.В. Процессы порошковой металлургии. - М.: Изд-во МИСиС, 2000. - 320 с.
2. Андриевский Р.А. Получение и свойства нанокристаллических тугоплавких соединений // Успехи химии. - 1994. - Т.63. - № 5. - С.431-448.
3. Cook E., Sigel B. Carbide Synthesis by Metal Explosions in Acetylene // Journal of Inorganic Chemistry. - 1968. - Vol.30. - pp.1699-1706.
4. Цветков Ю.В., Благовещенский Ю.В., Самохин А.В., Боровский Г.В., Клячко Л.И., Абрамов А.В. Наноструктурные твердые сплавы для создания инструмента с повышенными эксплуатационными свойствами // Сб. тез. докл. Международного форума по нанотехнологиям "Rusnantech-2008". - Москва, 2008.
5. CN 1608983 A, B22F 9/00, 27.04.2005 г.
6. Давидович В.И., Лернер М.И. Энергетические характеристики электрического взрыва Fe и W проводников // Тез. докл. Всесоюз. науч. совещания "Электроимпульсные технологии и электромагнитные процессы в нагруженных твердых телах". - Томск. 1982.
7. Лернер М.И., Шаманский В.В. Формирование наночастиц при воздействии на металлический проводник импульса тока большой мощности // Журнал структурной химии. - 2004. - Т.45. - № 1. - С.112-115.

#### Формула изобретения

Способ получения нанопорошка карбида вольфрама, включающий нагрев в герметичном реакторе смеси нанопорошка вольфрама и графита до температуры не выше 1000°С, отличающийся тем, что нагрев осуществляют в течение не более 70 ч при вращении герметичного реактора с угловой скоростью не более 50÷60 оборотов в минуту, при этом используют графит в виде графитовых стержней и наночастицы вольфрама с размером частиц 10÷200 нм при следующем соотношении компонентов в смеси, мас. %:

графитовые стержни	6
нанопорошок вольфрама	94

#### РИСУНКИ



**QB4A Государственная регистрация договора о распоряжении исключительным правом**

Дата и номер государственной регистрации договора: **21.05.2013 № РД0124253**

Вид договора: **лицензионный**

Лицо(а), предоставляющее(ие) право использования:

**Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Национальный исследовательский Томский государственный университет" (RU)**

Лицо, которому предоставлено право использования:

**Общество с ограниченной ответственностью "Сибтермохим" (RU)**

Условия договора: **НИЛ, сроком на 15 лет на территории РФ.**

Дата внесения записи в Государственный реестр: **21.05.2013**

Дата публикации: [27.06.2013](#)

---